

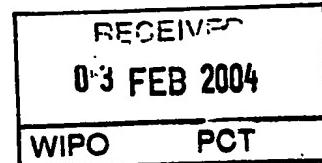
Rec'd PCT/PTO 30 NOV 2004  
PCT/JP 03/15655  
08.12.03

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2002年12月27日



出願番号  
Application Number: 特願2002-382317

[ST. 10/C]: [JP2002-382317]

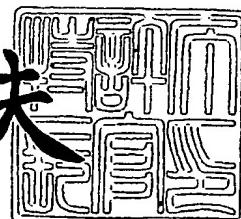
出願人  
Applicant(s): 信越半導体株式会社

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

2004年 1月16日

今井康夫



出証番号 出証特2003-3112165

【書類名】 特許願  
【整理番号】 0200187  
【提出日】 平成14年12月27日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C30B 15/14  
【発明者】  
【住所又は居所】 福井県武生市北府2丁目13番50号 信越半導体株式会社 武生工場内  
【氏名】 添田 聰  
【発明者】  
【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内  
【氏名】 飯田 誠  
【発明者】  
【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内  
【氏名】 櫻田 昌弘  
【特許出願人】  
【識別番号】 000190149  
【氏名又は名称】 信越半導体株式会社  
【代理人】  
【識別番号】 100102532  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 好宮 幹夫  
【電話番号】 03-3844-4501  
【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 043247  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 9703915  
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶製造用黒鉛ヒーター及び単結晶製造装置ならびに単結晶  
製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の上スリットと異なり、及び／又は、前記下スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の下スリットと異なるものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項2】 前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したることを特徴とする請求項1に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項3】 前記発熱分布の周期は、1周期が $180^{\circ}$ であることを特徴とする請求項2に記載の結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項4】 前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で $45^{\circ}$ 以上 $135^{\circ}$ 以下の範囲でずれたものであることを特徴とする請求項2又は請求項3に記載の結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項5】 前記他のスリットと長さが異なる上スリットを、2種類以上有するもの、及び／又は、前記他のスリットと長さが異なる下スリットを、2種類以上有するものであることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項6】 前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットは、前記円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることを特徴とする請求項1乃至請求項5のいずれか1項に記載の単結晶製

用黒鉛ヒーター。

【請求項7】 少なくとも、請求項1乃至請求項6のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備することを特徴とする単結晶製造装置。

【請求項8】 請求項7に記載の単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造することを特徴とする単結晶製造方法。

【請求項9】 少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであり、かつ、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、前記発熱分布の周期がずれたものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項10】 前記発熱部の円周方向の周期的な発熱分布は、発熱スリット部の肉厚、発熱スリット部の幅、スリットの長さ、発熱スリット部の材質のうちいずれか一つ以上を変更したものとして分布をもたせたものであることを特徴とする請求項9に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項11】 前記発熱分布の周期は、1周期が $180^{\circ}$ であることを特徴とする請求項9又は請求項10に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項12】 前記中心線の上側と下側の発熱分布の周期のずれが、 $45^{\circ}$ 以上 $135^{\circ}$ 以下の範囲であることを特徴とする請求項9乃至請求項11のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項13】 少なくとも、請求項9乃至請求項12のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備することを特徴とする単結晶製造装置。

【請求項14】 請求項13に記載の単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造することを特徴とする単結晶製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は、チョクラルスキー法によって単結晶を製造する際に用いる単結晶製

造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法に関し、特に単結晶の結晶欠陥を高精度に制御し且つその単結晶を生産効率良く製造するのに適した単結晶製造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置並びに単結晶製造方法に関する。

### 【0002】

#### 【従来の技術】

半導体デバイスの基板として用いられる単結晶は、例えばシリコン単結晶があり、主にチョクラルスキ法 (Czochralski Method、以下CZ法と略称する) により製造されている。

### 【0003】

CZ法により単結晶を製造する際には、例えば図5に示すような単結晶製造装置10を用いて製造される。この単結晶製造装置10は、例えばシリコンのような原料多結晶を収容して溶融するための部材や、熱を遮断するための断熱部材などを有しており、これらは、メインチャンバー11内に収容されている。メインチャンバー11の天井部からは上に伸びる引き上げチャンバー12が連接されており、この上部に単結晶13をワイヤー14で引上げる機構(不図示)が設けられている。

### 【0004】

メインチャンバー11内には、溶融された原料融液15を収容する石英ルツボ16とその石英ルツボ16を支持する黒鉛ルツボ17が設けられ、これらのルツボ16、17は駆動機構(不図示)によって回転昇降自在にシャフト18で支持されている。このルツボ16、17の駆動機構は、単結晶13の引き上げに伴う原料融液15の液面低下を補償すべく、ルツボ16、17を液面低下分だけ上昇させるようにしている。

### 【0005】

そして、ルツボ16、17を囲繞するように、原料を溶融させるための黒鉛ヒーター19が配置されている。この黒鉛ヒーター19の外側には、黒鉛ヒーター19からの熱がメインチャンバー11に直接輻射されるのを防止するために、断熱部材20がその周囲を取り囲むように設けられている。

**【0006】**

また、引き上げた単結晶を冷却する冷却筒23とその下部に黒鉛筒24が設けられ、これに上部より冷却ガスを下流して引き上げた単結晶を冷却できるようにしている。さらに、黒鉛筒24の内側下端に原料融液15と対向するように内側断熱筒25を設けて融液面からの輻射をカットするとともに結晶からの輻射熱を上方に逃がす構造とし、さらに黒鉛筒24の外側下端に原料融液15と対向するよう外側断熱材26を設けて融液面からの輻射をカットするとともに原料融液表面を保温するようにしている。

**【0007】**

尚、通常用いられる黒鉛ヒーター19を図6に示した。この黒鉛ヒーターの形状は、円筒形状であり、主に等方性黒鉛でできている。現在主流である直流方式では、端子部27を2本配し、その端子部27で黒鉛ヒーター19を支える構造になっている。黒鉛ヒーター19の発熱部28は、より効率的に発熱できるよう、発熱部28の上端から下へ延びる上スリット29と、発熱部28の下端から上へ延びる下スリット30の2種類のスリット29、30が数箇所から数十箇所刻まれている。このような黒鉛ヒーター19は、発熱部28のうち、特に、上スリット29の下端と下スリット30の上端の間の部分である各発熱スリット部31から主に発熱する。

**【0008】**

以上のような図5に示した単結晶製造装置内に配置された石英ルツボ16に原料塊を収容し、このルツボ16を、上記のような黒鉛ヒーター19により加熱し、石英ルツボ16内の原料塊を溶融させる。このように原料塊を溶融させたものである原料融液15に、ワイヤー14の下端に接続している種ホルダー21で固定された種結晶22を着液させ、その後、種結晶22を回転させながら引き上げることにより、種結晶22の下方に所望の直径と品質を有する単結晶13を育成する。この際、種結晶22を原料融液15に着液させた後に、直径を3mm程度に一旦細くして絞り部を形成するいわゆる種絞り（ネッキング）を行い、次いで、所望の口径になるまで太らせて、無転位の結晶を引き上げている。

**【0009】**

このようなCZ法によって製造されるシリコン単結晶は、主として半導体デバイスの製造に用いられる。近年、半導体デバイスでは高集積化が進み、素子の微細化が進んでいる。素子の微細化が進むことで、結晶成長中に導入されるGrown-in結晶欠陥の問題がより重要となっている。

### 【0010】

ここで、Grown-in結晶欠陥について説明する。

シリコン単結晶において、結晶成長速度が比較的高速の場合には、空孔型の点欠陥が集合したポイド起因とされているFPD (Flow Pattern Effect) 等のGrown-in欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV (Vacancy) 領域と呼ばれている。また、成長速度を低めていくと成長速度の低下に伴いOSF (酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault) 領域が結晶の周辺からリング状に発生し、このリングの外側に格子間シリコンが集合した転位ループ起因と考えられているLEP (Large Etch Pit) 等の欠陥が低密度に存在し、この欠陥が存在する領域はI (Interstitial) 領域と呼ばれている。さらに、成長速度を低速にすると、OSFリングがウェーハの中心に収縮して消滅し、全面がI領域となる。

### 【0011】

近年、V領域とI領域の中間でOSFリングの外側に、空孔起因のFPD等も、格子間シリコン起因のLEP等も存在しない領域の存在が発見されている。この領域はN (ニュートラル、Neutral) 領域と呼ばれる。さらに、OSF領域の外側でN領域の一部にCuデポジション処理で検出される欠陥が存在する領域があることも発見されている。

### 【0012】

これらのGrown-in欠陥は、引き上げ速度(V)と単結晶の固液界面近傍の温度勾配(G)の比であるV/Gというパラメーターにより、その導入量が決定されると考えられている(例えば、非特許文献1。)。すなわち、V/Gが一定になるように、引き上げ速度と温度勾配を調節すれば、所望の欠陥領域、あるいは所望の無欠陥領域で単結晶を引き上げることができる。しかしながら、例

えば、N領域といった所定無欠陥領域に引き上げ速度を制御して単結晶を引き上げる場合、その単結晶は低速育成となるため、生産性の大幅な低下による製造コストの上昇が免れなかった。そのため、この単結晶の製造コストを下げるために、より高速で単結晶を育成して生産性を上げることが望まれているが、これは、理論的には単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を大きくすることで達成できる。

#### 【0013】

従来、効果的な冷却体を備えたチャンバーおよびホットゾーン構造を用いて、さらにはヒーターからの輻射熱を効率的に遮断することで、引き上げ中の単結晶を冷却して単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を大きいものとし、高速成長を達成しようとする方法が提案されている（例えば、特許文献1。）。これらは、主としてルツボ内に収容された原料融液の表面より上部の炉内構造を変更することにより行うものである。

#### 【0014】

また、熱伝導輻射部材を黒鉛ルツボの下部に配置し、黒鉛ヒーターからの輻射熱を受けて熱伝導により熱を伝えルツボに向かって輻射熱を放出する方法によって、効率良く黒鉛ルツボを囲む黒鉛ヒーターの消費電力を下げ、全体の熱量を下げるにより引き上げ中のシリコン単結晶への輻射熱を低減して固液界面近傍の温度勾配（G）を大きいものとし、高速成長を達成しようとする方法も提案されている（例えば、特許文献2）。

しかしこれらの方法だけでは、十分に単結晶の高速成長を達成したとは言い難くまだ改良の余地があった。

#### 【0015】

##### 【特許文献1】

国際公開第97/21853号パンフレット

##### 【特許文献2】

特開平12-53486号公報

##### 【非特許文献1】

V. V. Voronkov, Journal of Crystal

Growth, 59(1982), 625~643

### 【0016】

#### 【発明が解決しようとする課題】

本発明はこのような問題点に鑑みてなされたもので、例えば、OSF領域の外側に存在し、かつCuデポジション処理により検出される欠陥領域が存在しない、高耐圧で優れた電気特性を持つN領域といった所定無欠陥領域、又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合に、温度分布を高精度に制御して所望の品質の結晶を得るとともに、そのシリコン単結晶を高い生産効率で製造することを可能にする単結晶製造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法を提供することを目的とする。

### 【0017】

#### 【課題を解決するための手段】

本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の上スリットと異なり、及び／又は、前記下スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の下スリットと異なるものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーターを提供する（請求項1）。

### 【0018】

このように、前記上スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の上スリットと異なり、及び／又は、前記下スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の下スリットと異なるものとして前記発熱部の発熱分布を変更することで、原料融液に所望の対流を起こすことができる。この対流の調節により、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を上昇させて結晶成長界面が上凸形状に変化し易くなるように対流を起こせば、例えば、N領域の

シリコン単結晶の成長の高速化が達成できる。また、このヒーターの発熱分布による対流の調節により、製造する単結晶中の酸素濃度を低酸素から高酸素まで幅広い濃度に調節でき、所望酸素濃度の単結晶を高精度で製造できる。

#### 【0019】

この場合、前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることが好ましく（請求項2）、例えば、前記発熱分布の周期は、1周期が $180^\circ$ であることが好ましい（請求項3）。

#### 【0020】

このように、前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものとすることで、原料融液内での対流を上下方向のみならず円周方向に促進することができる。

#### 【0021】

この場合、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で $45^\circ$ 以上 $135^\circ$ 以下の範囲でずれたものとすることが好ましい（請求項4）。

#### 【0022】

このように、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で $45^\circ$ 以上 $135^\circ$ 以下の範囲でずれたものとすることで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に促進させることができる。

#### 【0023】

この場合、前記他のスリットと長さが異なる上スリットを、2種類以上有するもの、及び／又は、前記他のスリットと長さが異なる下スリットを、2種類以上有するものであることが好ましい（請求項5）。

#### 【0024】

このように、上スリットを、2種類以上有するもの、及び／又は、下スリットを、2種類以上有するものとすることで、発熱部の発熱分布を容易にかつ高精度

で調節できる。

### 【0025】

この場合、前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットは、前記円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることが好ましい（請求項6）。

### 【0026】

このように、前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットは、前記円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることで、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側及び／又は下側に、発熱スリット部を分布させることができること。

### 【0027】

さらに本発明は、少なくとも、上記単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する単結晶製造装置を提供し（請求項7）、また、該単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造する単結晶製造方法を提供する（請求項8）。

### 【0028】

このような本発明の単結晶製造用ヒーターを具備する結晶製造装置を用いて、CZ法により単結晶を製造すれば、高品質の単結晶を生産性良く製造することができる。

### 【0029】

さらに、本発明によれば、少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであり、かつ、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、前記発熱分布の周期がずれたものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーターが提供される（請求項9）。

### 【0030】

このように、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであり、かつ、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上

側と下側とで、前記発熱分布の周期がずれたものであることで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に促進することができる。これにより、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）が上昇して結晶成長界面が上凸形状に変化し易くなり、例えば、N領域等の所望の品質を有するシリコン単結晶の成長の高速化が達成できる。

#### 【0031】

この場合、前記発熱部の円周方向の周期的な発熱分布は、発熱スリット部の肉厚、発熱スリット部の幅、スリットの長さ、発熱スリット部の材質のうちいずれか一つ以上を変更したものとして分布をもたせたものであることが好ましい（請求項10）。

#### 【0032】

このように、前記発熱部の円周方向の周期的な発熱分布は、発熱部スリット部の肉厚、発熱スリット部の幅、スリットの長さ、発熱スリット部の材質のうちいずれか一つ以上を円周方向で変更することで、容易に調整することができる。

#### 【0033】

この場合、前記発熱分布の周期は、1周期が $180^\circ$ であることが好ましい（請求項11）。

#### 【0034】

このように、発熱分布の周期は、1周期が $180^\circ$ であることで、原料融液内で円周方向に対流をより確実に促進することができる。

#### 【0035】

この場合、前記中心線の上側と下側の発熱分布の周期のずれが、 $45^\circ$ 以上 $135^\circ$ 以下の範囲であることが好ましい（請求項12）。

#### 【0036】

このように、前記発熱分布の周期は、上側と下側との周期が、円周方向で $45^\circ$ 以上 $135^\circ$ 以下の範囲でずれたものとすることで、ルツボ底から原料融液の表面方向へ縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に促進させることができる。

#### 【0037】

さらに本発明は、上記単結晶製造用ヒーターを具備する単結晶製造装置を提供

し（請求項13）、また、その単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により単結晶を製造する単結晶製造方法を提供する（請求項14）。

#### 【0038】

このような本発明の単結晶製造用ヒーターを具備する結晶製造装置を用いて、CZ法により単結晶を製造すれば、高品質の単結晶を生産性良く製造することができる。

#### 【0039】

本発明者らは、CZ法によりシリコン単結晶を製造する場合につき、黒鉛ヒーターが石英ルツボを加熱した時に生じる原料融液の温度分布が引き起こす対流と、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）との関係についてFEMAGやSTHAMAS-3D等のソフトウェアによるシミュレーション解析を行った。

#### 【0040】

ここで、FEMAGは、文献（F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990)）に、またSTHAMAS-3Dは、文献（D. Vizman, O. Gräbner, G. Müeller, Journal of Crystal Growth, 233, 687-698 (2001)）に開示されている総合伝熱解析ソフトである。

#### 【0041】

このシミュレーション解析の結果、本発明者らは、黒鉛ルツボの底の方から原料融液の表面の方向へ縦方向の対流を促進させ、さらにこの対流をヘリカルな方に促進させることも温度勾配（G）の上昇に有効であることを見出した。

#### 【0042】

この縦方向の対流を促進させる手段として、通常の黒鉛ヒーターの他にルツボの底の方からルツボ中の原料融液を熱するためのボトムヒーターを設置する方法、あるいはルツボ中の原料融液を上下から熱するための上下2段の黒鉛ヒーターを設置する方法等が考えられる。しかし、これらの方法は、炉内設備が複雑化し

、また消費電力が嵩むために、経済的メリットが期待できない。そこで、本発明者らは、ルツボを囲繞するように配置される黒鉛ヒーター単体で、ルツボの底の方から原料融液の表面の方向へ縦方向の対流を促進させ、さらにその対流をヘルカルな方向に促進させることができれば生産性良く、かつ低コストで目標とする品質を有する单結晶を製造可能であることに想到し、本発明を完成した。

#### 【0043】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明の黒鉛ヒーターは、従来のように発熱部の発熱分布を円周方向に均一に分布させたものではなく、1個の黒鉛ヒーターがルツボの上部あるいはルツボの底またはルツボR部にも発熱分布のピークを持たせるよう設計したものである。

#### 【0044】

図1に本発明の黒鉛ヒーターの1例を示す。該黒鉛ヒーターは、端子部27からの電流の電流路が発熱部28で上下方向にジグザグ形状となるように、発熱部28の上端から下へ延びる上スリット及び発熱部の下端から上へ延びる下スリットを交互に設けている。そして、これらのスリットの寸法および配置を変更して発熱部の発熱分布を変更している。そのために、ここでは、4種類のスリットを設けている。すなわち、上スリットとして、上スリットAと、該上スリットAより長い上スリットBとの2種類のスリットを設け、また下スリットとして、下スリットCと、該下スリットCより短い下スリットDとの2種類のスリットを設けた。

#### 【0045】

この時、上スリットAと下スリットDについては、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さになるように設計するのが好ましい。これにより、上スリットAとそれに対応する下スリットCとが形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側に位置させることができ、また、下スリットDとそれに対応する上スリットBが形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の下側に位置させること

ができる。

#### 【0046】

さらに、各スリットは、円周方向に周期的に形成され、発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布しており、その1周期が $180^\circ$ になるようにしている。また、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期を、円周方向で $90^\circ$ ずらして、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、発熱分布が $90^\circ$ ずれるようにしている。

#### 【0047】

このような黒鉛ヒーターで加熱した時の、ルツボ内に収容された原料融液の温度分布を図2に示す。図2(a)に示すように、上スリットA及び下スリットCにより形成される発熱スリット部は、ルツボを真上から見た時に第1象限と第3象限にあたる部分で、かつ原料融液の表面付近を加熱する役割を果たしている。一方、図2(b)に示すように、上スリットB及び下スリットDにより形成される発熱スリット部は、第2象限と第4象限にあたる部分で、かつルツボ底あるいはルツボR部を加熱する役割を果たしている。従って、ルツボ内の原料融液は、全体として図2(c)に示すような温度分布となる。

#### 【0048】

このような原料融液内の温度分布が、結果的に、原料融液内部の対流をルツボ底から原料融液表面へと縦方向へ、さらにはヘリカルな方向へ促進させる。これにより、2次的に発生する単結晶固液界面直下の対流が促進され、単結晶固液界面近傍の温度勾配(G)を上昇させる。従って、単結晶固液界面の形状がより上凸形に変化し易く、OSFがより高速の成長速度領域で消滅し、例えば、N領域の結晶を高速で引き上げることができる。

#### 【0049】

また、従来の黒鉛ヒーターは、発熱部が円周方向で均一な発熱分布を有したものであるので、原料融液の対流を変化させることによる単結晶中の酸素濃度の制御は、ルツボと黒鉛ヒーターの高さ方向における相対的位置関係を変えることくらいしかできなかった。しかし、本発明では、黒鉛ヒーターの発熱部の発熱分布自体を、種々目的に応じて変更できるので、原料融液の対流も自在に変更でき、

単結晶中の酸素濃度も自在に制御できる。

#### 【0050】

尚、発熱部の円周方向の周期的な分布は、上記のようにスリットの長さを変更することのみにより分布をもたせるだけでなく、発熱スリット部の肉厚、発熱スリット部の幅、スリットの長さ、発熱スリット部の材質のうちいずれか一つ以上を変更することによっても分布をもたせることができる。

#### 【0051】

また、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側の発熱分布の周期のずれを、45°以上135°以下の範囲とするのが好ましい。この範囲であれば、ルツボ底あるいはルツボR部を加熱することで、原料融液内部でルツボ底から原料融液表面へと縦方向へ生じた対流を、ヘリカルな方向へ促進するのに有効である。

#### 【0052】

さらに、本発明は、上記結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する結晶製造装置を提供し、また、その結晶製造装置を用いてチョクラルスキ法により単結晶を製造する方法を提供する。本発明は、上記のような特性を有するヒーターを従来の炉内構造を有する単結晶製造装置にセットするだけで、例えばN領域といった所望とする無欠陥領域、あるいは所望とする欠陥領域の単結晶を高速で引き上げて生産性を上げることができる。また、既存の装置の設計変更等が不要であるため、非常に簡単かつ安価に構成できる。

#### 【0053】

##### 【実施例】

以下、本発明を実施例および比較例を挙げて具体的に説明する。

##### (実施例1)

図5に示した単結晶製造装置を用いてシリコン単結晶を製造した。直径24インチ(600mm)の石英ルツボに、原料多結晶シリコン150Kgをチャージし、直径8インチ(200mm)、方位<100>のシリコン単結晶を引き上げた。単結晶を引き上げる際、成長速度を0.7mm/minから0.3mm/minの範囲で結晶頭部から尾部にかけて漸減させるよう制御した。また、酸素濃

度が22～23 ppm (ASTM' 79) となるようにシリコン単結晶を製造した。

#### 【0054】

この際、黒鉛ヒーターは、図1に示したもの用いた。すなわち、この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が600mmであり、上スリットAが4本、上スリットBが6本、下スリットCが8本、下スリットDが4本設けられている。上スリットAと下スリットDは、それぞれ、長さ250mmであり、上スリットBと下スリットCは、それぞれ、長さ500mmである。

#### 【0055】

そして、このようにして製造したシリコン単結晶を、OSF、FPD、LEP、およびCuデポジションについて調査した。

すなわち、結晶固化率約10%以上（本実施例の条件の場合、結晶直胴部が10cm以上）のところで下記のように調査した。

#### 【0056】

(a) FPD (V領域) およびLEP (I領域) の調査：

結晶軸方向10cm毎の長さで約2mm厚のスラブサンプル採取し、平面研削後、30分間セコエッティング（無攪拌）の後、サンプル面内密度を測定した。

(b) OSF領域の調査：

結晶軸方向10cm毎の長さで約2mm厚のスラブサンプル採取し、We t-O<sub>2</sub>雰囲気中、1100°Cで100分間熱処理後、サンプル面内密度を測定した。

(c) Cuデポジション処理による欠陥の調査：

処理方法は以下のとおりである。

- 1) 酸化膜 : 25nm
- 2) 電解強度 : 6MV/cm
- 3) 通電時間 : 5分間

#### 【0057】

その結果、各領域の分布状況は図3 (a) に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようにになった。

V領域とOSF領域との境界の成長速度 = 0.58mm/min。

O S F 領域と C u デポジション処理により欠陥が検出された N 領域との境界の成長速度 = 0. 55 mm/m i n。

C u デポジション処理により欠陥が検出された N 領域と C u デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域との境界の成長速度 = 0. 53 mm/m i n。

C u デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域と I 領域との境界の成長速度 = 0. 52 mm/m i n。

### 【0058】

次に、上記結果を踏まえて、C u デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域が狙えるように、成長速度を直胴 10 cm から直胴尾部まで 0. 53 ~ 0. 52 mm/m i n に制御し、シリコン単結晶を引き上げた（図 4 (a)、(b) 参照）。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し酸化膜耐圧特性の評価を行った。なお、C モード測定条件は次のとおりである。

- 1) 酸化膜：25 nm
- 2) 測定電極：リン・ドープ・ポリシリコン
- 3) 電極面積：8 mm<sup>2</sup>
- 4) 判定電流：1 mA/cm<sup>2</sup>

その結果、酸化膜耐圧レベルは 100 % の良品率であった。

### 【0059】

（比較例 1）

黒鉛ヒーターとして、図 6 に示したものを用いた。この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が 600 mm であり、上スリットが 10 本、下スリットが 12 本設けられている。上スリットは、全部長さ 500 mm であり、下スリットは、全部長さ 500 mm である。この黒鉛ヒーターを用いること以外は実施例 1 と同様の条件でシリコン単結晶を製造した。そして実施例 1 と同様に、O S F、F P D、L E P、および C u デポジションについて調査した。

### 【0060】

その結果、各領域の分布状況は図 3 (b) に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようにになった。

V 領域と O S F 領域との境界の成長速度 = 0. 50 mm/m i n。

O S F領域とC u デポジション処理により欠陥が検出されたN領域との境界の成長速度 = 0. 47 mm/m i n。

C u デポジション処理により欠陥が検出されたN領域とC u デポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域との境界の成長速度 = 0. 45 mm/m i n。

C u デポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域とI領域との境界の成長速度 = 0. 44 mm/m i n。

#### 【0061】

次に、上記結果を踏まえて、C u デポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域が狙えるように、成長速度を直胴 10 cmから直胴尾部まで 0. 45 ~ 0. 44 mm/m i n に制御し、シリコン単結晶を引き上げた（図4（a）、（b）参照）。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し、実施例1と同様に酸化膜耐圧特性の評価を行った。

その結果、酸化膜耐圧レベルは 100% の良品率であった。

#### 【0062】

図3は、実施例1と比較例1の、成長速度に対する各種欠陥の分布状況を示している。これによると、C u デポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域の単結晶を育成する場合、比較例1では、成長速度を 0. 45 ~ 0. 44 mm/m i n として低速で育成する必要があるのに対して、実施例1では、成長速度を 0. 53 ~ 0. 52 mm/m i n として非常に高速で育成することができる事が判る（図4 参照）。従って、本発明の黒鉛ヒーターを用いた場合、生産性を向上でき、さらには製造コストを下げる事ができる。

#### 【0063】

尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

#### 【0064】

例えば、本発明の実施例では、シリコン単結晶の引き上げ時に磁場を印加しな

い通常のCZ法について例を挙げて説明したが、本発明はこれに限定されず、磁場を印加するMCZ法にも適用できる。

### 【0065】

#### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、例えば、OSF領域の外側に存在し、かつCuデポジション処理により検出される欠陥領域が存在しない、高耐圧で優れた電気特性を持つN領域といった所定無欠陥領域、又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合に、そのシリコン単結晶を高い生産効率で供給することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

本発明の黒鉛ヒーターの1例を示す概略図である。

- (a) 展開図、 (b) 側面図。

##### 【図2】

図1の黒鉛ヒーターによりルツボを加熱した時の、ルツボ内の原料融液の温度分布を示した概念図である。

- (a) 原料融液表層側の温度分布、  
(b) 原料融液のルツボ底側の温度分布、  
(c) 原料融液の全体の温度分布。

##### 【図3】

単結晶の成長速度と結晶欠陥分布を示す説明図である。

- (a) 実施例1、 (b) 比較例1。

##### 【図4】

単結晶の成長速度と結晶欠陥分布の関係を調査して判明した、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域の成長速度に制御してシリコン単結晶を育成した時の単結晶の成長速度を、実施例1と比較例1で比較した比較図である ((a)、(b))。

##### 【図5】

単結晶製造装置の概略図である。

## 【図6】

従来の黒鉛ヒーターの1例を示す概略図である。

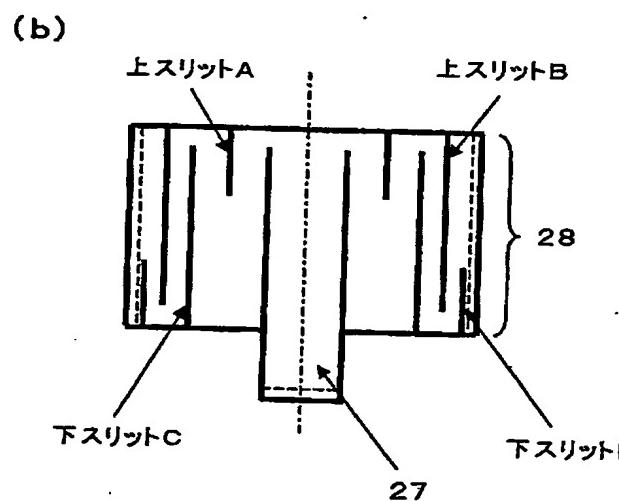
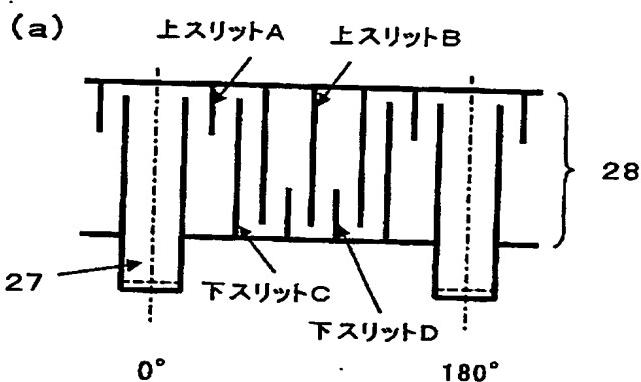
(a) 展開図、 (b) 側面図。

## 【符号の説明】

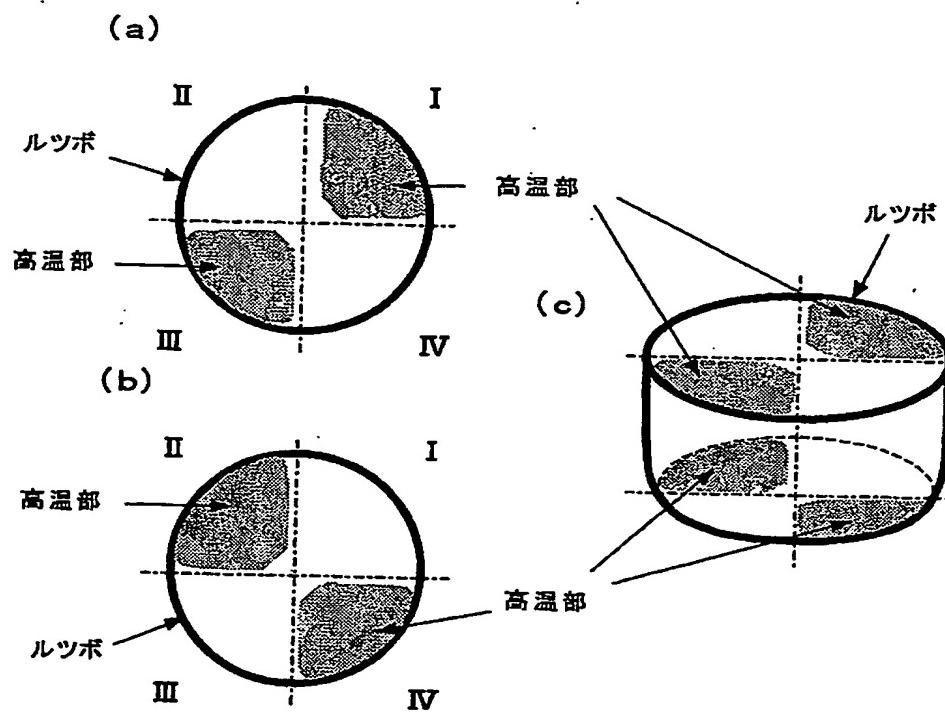
10…単結晶製造装置、 11…メインチャンバー、 12…引き上げチャンバー、 13…単結晶、 14…ワイヤー、 15…原料融液、 16…石英ルツボ、 17…黒鉛ルツボ、 18…シャフト、 19…黒鉛ヒーター、 20…断熱部材、 21…種ホルダー、 22…種結晶、 23…冷却筒、 24…黒鉛筒、 25…内側断熱筒、 26…外側断熱材、 27…端子部、 28…発熱部、 29…上スリット、 30…下スリット、 31…発熱スリット部。

【書類名】 図面

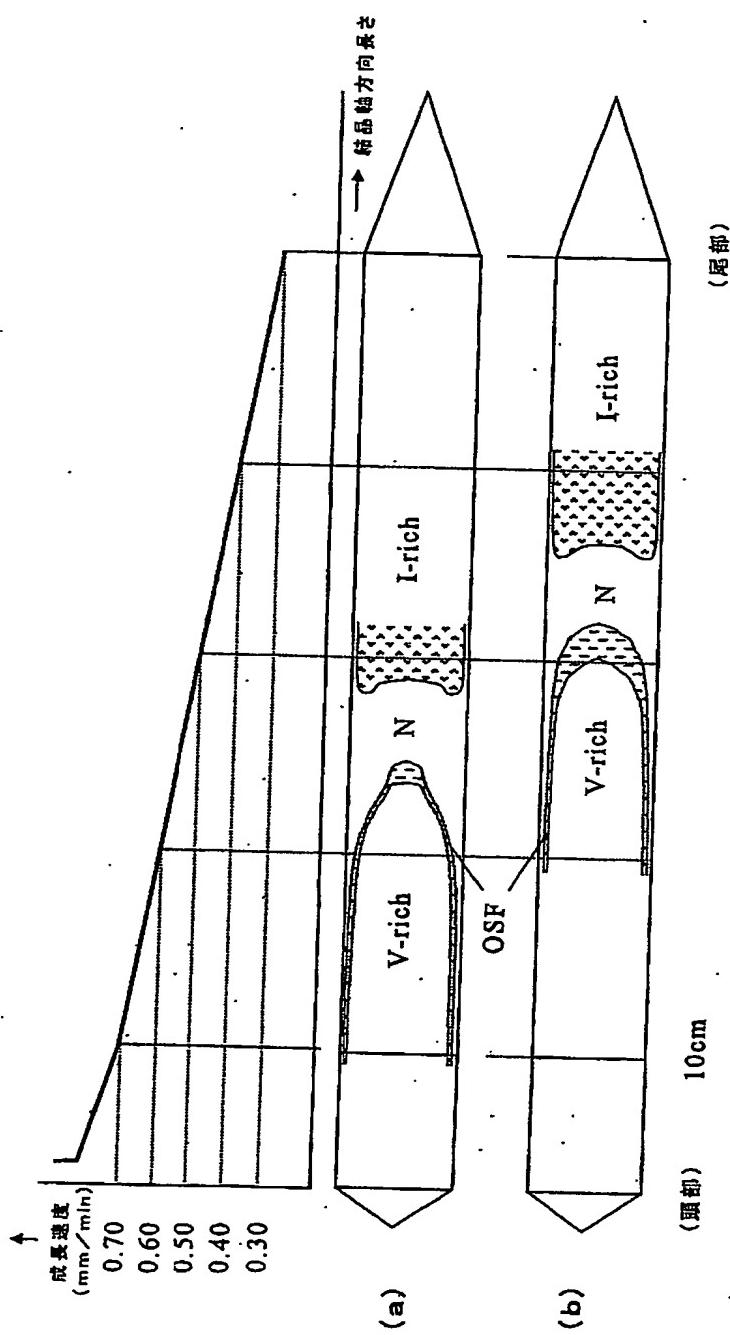
【図1】



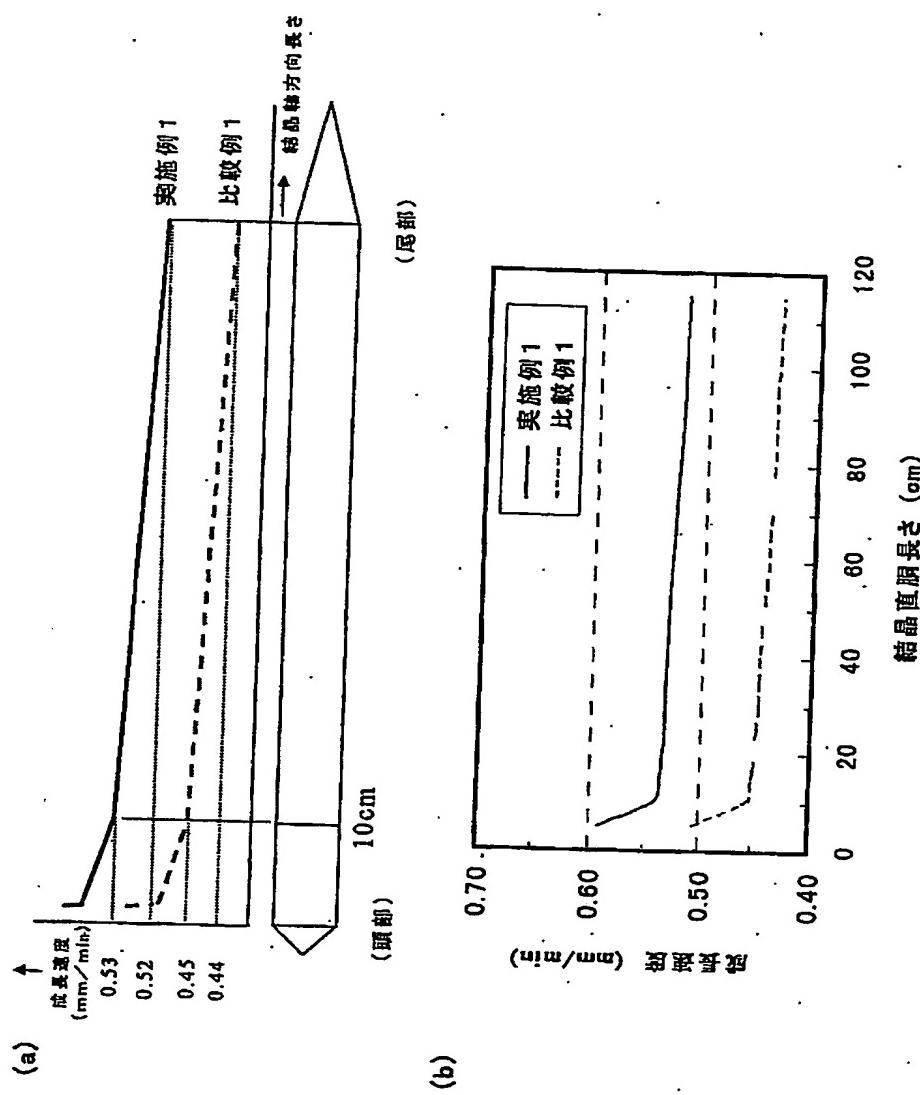
【図2】



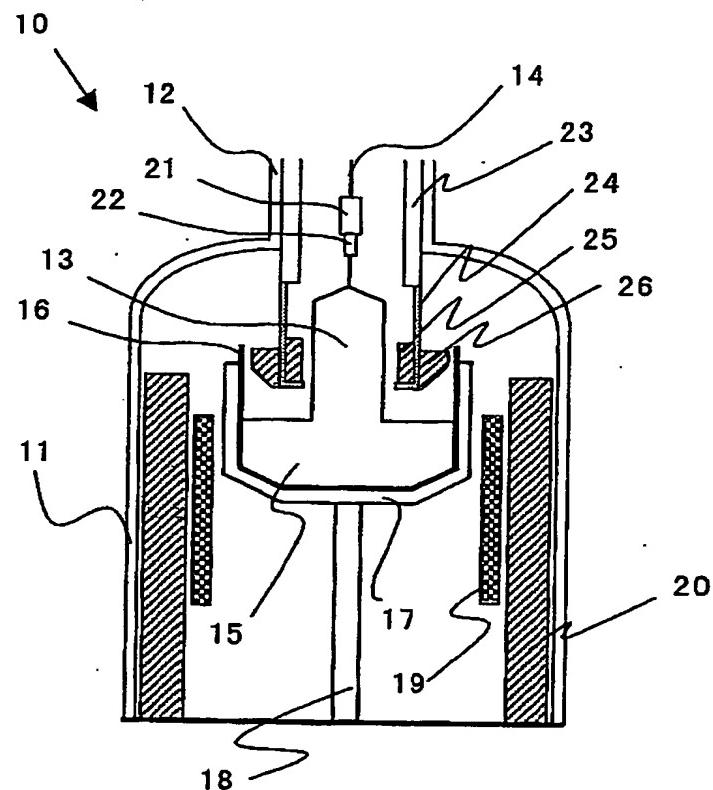
【図3】



【図4】

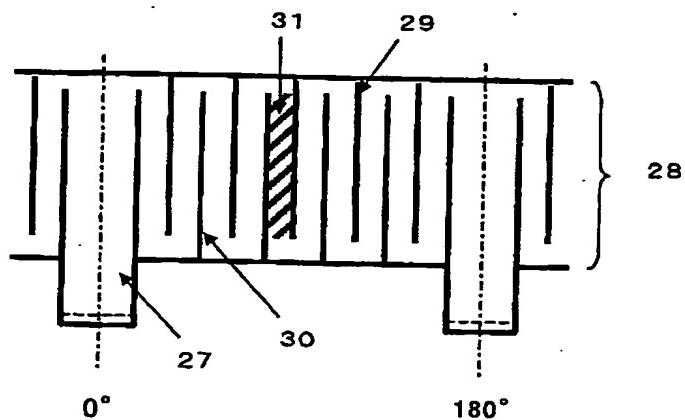


【図5】

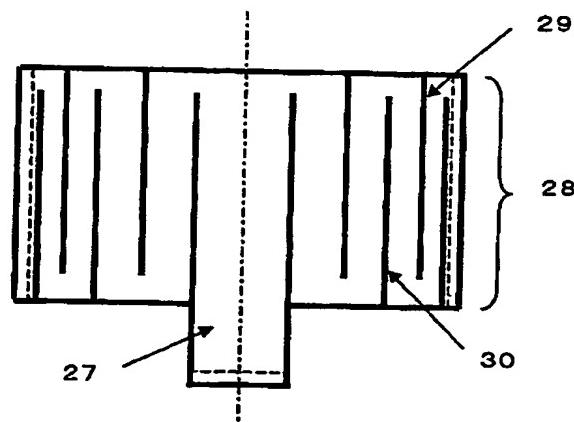


【図6】

(a)



(b)



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 所定無欠陥領域又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合に、そのシリコン単結晶を高い生産効率で製造することを可能にする単結晶製造用黒鉛ヒーターを提供する。

【解決手段】 少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の上スリットと異なり、及び／又は、前記下スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の下スリットと異なるものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【選択図】 図1

特願 2002-382317

出願人履歴情報

識別番号

[000190149]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

1990年 8月 7日

新規登録

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

信越半導体株式会社